

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-41754

(43) 公開日 平成7年(1995)2月10日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 K 3/14	5 1 0	9049-4H		
B 2 4 B 37/00		H 7528-3C		
B 2 4 C 11/00		Z		

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願平5-204478

(22) 出願日 平成5年(1993)7月28日

(71) 出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72) 発明者 小林 正恒

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(72) 発明者 武政 康二

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 吉田 勝広 (外1名)

(54) 【発明の名称】 研磨剤組成物及びそれを用いる研磨方法

(57) 【要約】

【目的】 研磨効率が高く、優れた研磨表面を形成することが出来る研磨剤組成物及び該研磨剤組成物を用いる研磨方法を提供すること。

【構成】 少なくとも研磨剤とその分散媒体とからなり、該分散媒体が電解水を含有することを特徴とする研磨剤組成物、及び該研磨剤組成物を用いることを特徴とする研磨方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも研磨剤とその分散媒体とからなり、該分散媒体が電解水を含有することを特徴とする研磨剤組成物。

【請求項2】 少なくとも研磨剤と分散媒体とからなり、該分散媒体が電解水を含有する研磨剤組成物を用いることを特徴とする研磨方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、研磨剤組成物及びそれを用いる研磨方法に関し、更に詳しくは、研磨効率が高く、優れた研磨表面を形成することが出来る研磨剤組成物及び該研磨剤組成物を用いる研磨方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、研磨粒子（砥粒）を分散媒中に分散させた研磨剤組成物を用いて被加工物に対して加工を行う方法には、例えば、研磨乃至ラッピング仕上げ方法、ポリシング仕上げ方法、サンドブラスト、ショットピーニング、液体ホーニングを含めた噴射加工方法、バフ加工方法、バレル加工方法等、各種の砥粒加工方法が知られており、各々被加工物の材質、硬度、表面荒さ、或は他の加工条件に応じて選択使用されている。

【0003】しかしながら、上記従来方法は、極めて精度の高い表面状態の実現或は高硬度な材質の表面加工には量産的でない、或は単位仕事量当たりの仕事量が小さい等、砥粒加工率に関する経済性に極めて多くの問題を抱えているのが現状である。

【0004】例えば、被研磨物とラップの間に砥粒を介して両者を擦り合わせ、ラップの表面形状を被加工物に転写させたり、被加工物若しくはラップの運動軌跡を制御することにより所望の形状を得るラッピング加工方法は、従来、板ガラス、カメラレンズ、メガネレンズ等のガラス材質或は超硬合金工具、各種金型材、音響や映像装置のヘッド材等の金属材質を含めて、平滑性を実現する為の手段として用いられており、寸法精度、表面荒さ、形状精度が良好であり、比較的簡単な設備で加工可能であるが、その反面仕事量に比較して加工量が少なく、更に研磨粒子や異物の介入によって発生する砂目と呼ばれる傷は、非常に除去しにくい等の短所を有している。

【0005】又、近年ガラス材質の研磨に関しては、前記の光学レンズ以外にも光ディスク、アクティブマトリックス型LCD、液晶TV用カラーフィルター等に用いるガラス基板、或は時計・電卓・カメラ用LCD或は太陽電池等のディスプレイ用ガラス基板、LSIフォトマスクに用いられるガラス基板の用途が増加している。これらのガラス材料は高精度に表面研磨することが要求される。

【0006】その他、近年電気集積回路の支持結晶とし

ン、化合物半導体基板等）、各種の磁気メモリーハードディスク、レーザー部品等の精密研磨加工の分野では、特に加工面の平滑度、無欠陥性（スクラッチ、オレンジピール、ビット、ノジュール、クラック等の欠陥が無いこと）に対する要求水準が、過去の研磨加工技術水準に比して遥かに高度化すると共に、他方、生産、検査設備等に多額の投資を必要とする為、生産スピードの向上、不良欠陥ロスの低減によるコストダウン（コストカット）も重要な課題となっている。

【0007】従って、これらの分野で使用される研磨剤組成物についても、加工精度と共に研磨速度の向上に対する要望が極めて強くなっている。又、周知の如く研磨粒子を液体に混合して噴射する液体ホーニング加工の場合においても、良好な表面精度を有する加工面が得られる他、塵埃等が立たない為に極めて衛生的であって、更に加工量が少ない為母材を損傷することがない等多くの利点を有するが、工業的見地からは単位仕事量当たりの仕上げ量の一層の増大が望まれている。

【0008】この他、バフ加工、サンドブラスト、バレル加工等各々固有の長所、短所を有し、砥粒加工効率に関する経済性を上昇させる為の要望は共通であるにも係らず、これらの各仕上げ方法は各々に定められた実用上の条件、例えば、ラッピング仕上げにおける研磨粒子の材質、研磨圧、研磨速度及び液体ホーニング加工における研磨粒子材質、精度、研磨粒子と水との混合比率、圧縮空気圧とその量、加工角度及びバフ加工におけるバフ圧、研磨粒子材質、押しつけ量、並びにバレル加工における回転数、装入量、被加工物とメディアの比率、研磨粒子材質等々実用上の適性値によって定められる値があり、これを越えて砥粒加工効率を無理に上昇させると、被加工物の加工面に傷が入ったり、著しい時は割れを生じる等経済上の損失も著しい為、ある一定値以上の砥粒加工効率を上げ得ないものである。

【0009】研磨条件のひとつの例として、ガラス材料の研磨においては、研磨材組成物は基本的にその組成は研磨粒子とそれを分散させる液媒体からなり、研磨粒子として酸化セリウム、酸化ジルコニウム、或は二酸化珪素系が通常用いられ、液媒体としては、通常水が用いられ、ガラス研磨用としては研磨粒子を液媒体に分散させてスラリーの状態で使用するのが一般的である。

【0010】ここで用いられている液媒体の水としては、地下水や、水道水をイオン交換処理、種々の濾過装置にて処理した水を使用してきた。研磨装置は、例えば、光学用レンズ研磨では、レンズ片面の加工面に研磨皿を押し当て研磨皿の回転により研磨する装置が知られている。レンズの両面にそれぞれ研磨皿を配し両面を同時に研磨加工する装置は、例えば、特開昭57-102747号公報に示されている。ガラス基板の場合は両面研磨機を用いるのが通常である。更にラップ加工の分野

7452号公報に記載の技術があり、又、実開昭59-151649号公報には薄帯板の両面同時研磨技術が示されている。

【0012】

【発明が解決しようとしている課題】従って、本発明の目的は、上記従来技術の課題を解決し、研磨効率が高く、優れた研磨表面を形成することが出来る研磨剤組成物及び該研磨剤組成物を用いる研磨方法を提供することである。

【0013】

【課題を解決する為の手段】上記目的は以下の本発明によって達成される。即ち、本発明は、少なくとも研磨剤とその分散媒体とからなり、該分散媒体が電解水を含有することを特徴とする研磨剤組成物、及び該研磨剤組成物を用いることを特徴とする研磨方法である。

【0014】

【作用】本発明者らは、従来技術の課題を解決し、より優れた研磨剤組成物を得るべく、鋭意研究を重ねた結果、研磨剤組成物中に電解水を含有させる時は、加工物加工面の平滑度、或は表面欠陥発生防止等の研磨仕上がり効果を低下させることなく、しかも研磨速度を大幅に向上させることを見出した。

【0015】

【好ましい実施態様】次に好ましい実施態様を挙げて本発明を更に詳細に説明する。本発明で使用する電解水は、例えば、以下の製法で製造される水に代表される。電解水製造装置として、従来、図1に示す構成のものが多用されている。即ち、図中1は電解槽、2は隔膜、3は陽極、4は陰極、5は給水口、6は陽極水出口、7は陰極水出口であって、給水口5から電解槽1に水を供給し、陰陽両極間に直流電圧を印加して電気分解を行うと、陰極側に陽イオンを含む水が集まり、陽極側に陰イオンを含む水が集まり、その陽極水及び陰極水が出口6、7から各別に取水される。

【0016】例えば、類似した装置の例が、特開昭64-11693号公報、特開平3-38293号公報、特開平3-238084号公報等に記載されている。尚、上記電解水の調製においては、給水口からの給水は地下水でもよいし、水道水でもよい。又、濾過処理を施した水を給水してもよい。或は出口6又は出口7からの取水された電解水を濾過処理、イオン交換処理等の清浄処理を施した後、本発明の研磨剤組成物の液媒体に供する事が出来る。

【0017】次に、本発明で使用する電解水の性状については、出口6から取水される陰イオンを含む水の集まりである陽極水は酸性を示し、出口7から取水される陽イオンを含む水の集まりである陰極水はアルカリ性を示す。市販されている「飲料用」電解水製造装置では、酸性濃度pH3～アルカリ濃度pH11の水を生成するこ

庄の調整、取水量の調整、取水場所（電極近接部からの取水等）の調整から、より広いpH域の電解水を得ることが出来る。

【0018】以上の事は、本発明に関する電解水は何らかの添加剤を加える事なしで、任意のpHに研磨剤組成物を調整出来る特徴を有している事になり、このことは添加剤を加えることによって生じるであろう副作用的弊害（例えば、研磨装置の腐食や、摩耗、被加工材への弊害、作業者の皮膚・衣類に付着した場合の被害、更には、排水時の処理問題）を心配せずに、被加工物の材質に適合するpHを選ぶ事が出来るし、又、使用する研磨剤の凝集等を防止することが出来るpH域に研磨剤組成物を調整することが出来ることになる。

【0019】更には、光学ガラス等が被加工物の場合、ガラス材自身がpHの影響で腐食し易いものが多く存在するが、その様な時にも研磨剤組成物のpHを任意に調整することが出来る。又、本発明に関する電解水は、陰極水のクラスターが陽イオンに富み、一方、陽極水のクラスターは陰イオンに富むことで、例えば、研磨粒子にα-アルミナを用いて水中に分散させて研磨剤組成物を調整すると、分散状態が不良となり凝集を生じやすくなるが、この時に分散媒に陽イオンに富む陰極水を用いることでα-アルミナ粒子の持つ陽性の電荷との相互作用で、全体の分散系としては電氣的斥力に依る粒子相互間の分散効果が強まることになり、研磨粒子の凝集を困難にさせる効果を持つ。

【0020】即ち、研磨粒子の分散安定性においても、従来使用されてきた分散安定剤の添加に代えて、陽極水若しくは陰極水等の電解水を用いることで、これらの安定剤の添加が不要になる（ここでいうクラスターとは、水分子の塊を意味する）。本発明に使用する電解水は、更に、前記した陰極水、陽極水の様に表面活性を有する形をとることで、研磨時に被加工物の研磨面の微細構造部に侵入し易くなり、その結果、研磨効率が上り且つ研磨仕上がりが良好になると推測することが出来る。

【0021】更には、本発明で使用する電解水は、通常、自然に存在する水と比較して、クラスターが小さいことに特徴を有している。即ち、水は基本的には一個の酸素原子と二個の水素原子からなる分子量が僅か18の単純な化合物であるが、水の分子間に働く水素結合が非常に強い為、液体の水はばらばらに単一分子で存在しているのではなく、水分子が塊或は集団になった構造（クラスターと呼ばれる）をとっている。

【0022】核磁気共鳴装置（NMR）による水のクラスターの大きさの測定から、本発明に使用する電解水は、自然に存在する水（地下水、水道水等）に比較してその大きさが1/2以下になっているとされている。クラスターが小さいことで、研磨粒子の分散性も改良され、又、被加工物の研磨表面の微細構造に水が侵入し易

【0023】更には、電解水は陽極水、陰極水のどちらを使うにしろ、分けられた電解水は、同種のイオンの集合である為に電氣的斥力で反発し易く、且つクラスターが小さいことで蒸発し易く、研磨時に発生する熱の放出が効果的になり、その結果、研磨効率が上昇するものと予想される。尚、環境面から見た場合、本発明に使用する電解水は、従来の自然水を単に分けただけである故に、自然水と同様と考えてよいと言える。以上本発明に使用する電解水の製法・性状及び電解水を研磨剤組成物に適用する利点について述べた。

【0024】又、本発明に係る研磨材組成物に使用する研磨粒子には、例えば、天然ダイヤモンド、コランダム、スピネルエメリー、ガーネット、或はケイ石等の天然品、人造ダイヤモンド、アランダム、カーボンランダム、炭化硼素、炭化ランタン、炭化ジルコニウム、炭化タングステン、窒化硼素、窒化チタン、窒化ジルコニウム或は、硼化チタン等の合成品、更には、酸化セリウム、酸化クロム、酸化鉄（ベンガラ）、金鋼砂、ケイ砂、マンガン鋼球、ガラスビーズ、鉄粉、石英ケイソウ土、或はバレル研磨用専用メディア等の単独又はそれらの混合物をいうが、基本的には、被加工物表面に機械的作用をもたらす機能を有することが重要であり、材質は何ら限定するものではない。

【0025】本発明における研磨剤組成物の作成は、従来の研磨剤組成物の作成条件に準じて行うことが出来る。即ち、基本的には、従来の研磨剤組成物中の液媒体の水に代わって電解水を使用する事で本発明の研磨剤組成物が完成される。それゆえ、従来の研磨剤組成物の中でも液媒体が、種油、オリーブ油等の油脂系のもの、又は石油軽油、マシン油、鉱油等の石油類を使用し、全く水を受けつけない研磨剤組成物の類は除外される。又、本発明の研磨剤組成物において、基本的に、水媒体は100%電解水を用いるのが好ましいが、必要に応じて従来の自然水との混合体を用いてもよい。

【0026】更には電解水の機能を阻害しない範囲であれば、必要な添加剤の添加は問題ない。尚、本発明の研磨剤組成物の使用目的は、特に限定されるものでなく、\*

\*従来の水性研磨剤組成物の利用用途には、いずれも好ましく利用することが出来る。更には、本発明では、電解水の名称を用いているが、物性的に同一であれば、他の名称、或は他の製法による水を用いた研磨剤組成物も本発明に含まれる。

【0027】

【実施例】以下、本発明を実施例並びに比較例に基づいて更に具体的に説明する。

実施例1

10 平均粒度1.15 $\mu$ mの酸化セリウムを970gと、コロイダルシリカ（ロテール・ニッタ製「NALCO-2350」）3.5リットルを電解水製造装置（赤井電気製、「MINESOFTMS-800」）で製造した電解水（陰極水、pH8.8）35リットルに混合・分散させて本発明の研磨剤組成物（組成物Aと略す）とした。又、前記組成物Aの組成中、電解水の代わりに純水を使用した組成の研磨剤組成物を比較の為の研磨剤組成物（組成物Bと略す）とした。

20 【0028】被加工物は、厚さ3mmのガラス板（コーニング製、「バイレックス・ガラス」）と厚さ1.1mmのシリコンウエハーの合わせ板（エボキシ接着剤で接合、硬化後の接着層厚は100 $\mu$ m）とし、サイズは140mm（長さ）×4.2mm（幅）の長方形とした。研磨面は長手方向の接合面とした。研磨条件は、研磨機として（市村製作所製、TLP1200）を用い、研磨布は発泡ポリウレタン製布（九重電気製、セリウムバットKSP66A-1.25）を使用し、荷重1.1kg、回転数20rpmの条件で1時間研磨を行った。

30 【0029】評価は研磨効率及び研磨面の観察とした。研磨効率は研磨量の評価であり、研磨されて除去された除去層の厚さを測定して求めた（測定器：顕微鏡）。研磨面の観察は顕微鏡観察（×200）にて行った。尚、研磨個数は組成物A及び組成物Bとも各々10個とした。組成物のpHは組成物Aが10.1、組成物Bが10.3である。研磨結果を下表1に示す。

【0030】

【表1】

研磨組成物Aによる研磨量（単位：m $\mu$ ）					平均値
15.7	14.3	14.0	17.3	15.7	15.6
15.7	14.3	15.3	16.3	16.0	
研磨組成物Bによる研磨量（単位：m $\mu$ ）					平均値
13.4	10.8	12.4	11.5	9.0	11.7
12.2	14.2	12.0	11.4	12.0	

かる。尚、研磨後の研磨面の観察からは、研磨組成物Aと研磨組成物Bとの間に大きな差は見られなかった。

#### 【0031】実施例2

平均粒度0.3 $\mu$ mの酸化セリウム5gを電解水100ccに混合し懸濁液とし、それを本発明研磨剤組成物（組成物C）とした。光学用レンズ（硝材は、LaSF）で寸法が33mm径×10mm厚の被加工物を円板上に5枚貼りつけ、ウレタン製研磨シートを上から100g/cm<sup>2</sup>の研磨荷重をかけ、研磨剤の供給量を200ml/minとして、前記円板を80rpmで10分間回転させて平面ラッピングを行い、その後レンズ一枚\*

\*当たりの減量を重量で測定した。更に研磨面の表面観察を顕微鏡にて行った。

【0032】尚、使用した電解水は陰極水であり、そのpHが9.7である。上記電解水の代わりに純水を用いて作成した懸濁液と、純水に苛性ソーダ（NaOH）を添加してpHを9.7に調整した水にて作成した懸濁液を、各々比較用研磨剤組成物（組成物D、組成物E）と、本発明の研磨剤組成物との比較をした。試験数は各々n=5で行った。結果を表2に示す。

#### 【0033】

【表2】

減量値データ (mg)						平均
組成物C	13.9	13.5	14.0	13.6	13.7	13.7
組成物D	9.9	10.2	9.8	10.0	9.8	9.9
組成物E	10.9	10.8	11.2	10.6	11.0	10.9

上表より本発明の研磨剤組成物は、組成物Dより約41%、組成物Eより28%研磨効率が向上した。又、研磨面は欠陥のない平滑な仕上げ面が得られた。

#### 【0034】実施例3

実施例2に関連して電解水に陽極水を用いた例である。実施例2と同様に平均粒度0.3 $\mu$ mの酸化セリウム5gを電解水100cc混合し懸濁液とし、それを本発明研磨剤組成物（組成物F）とした。光学用レンズ（硝材は、LaSF）からなる寸法が33mm径×10mm厚の被加工物を円板上に5枚貼りつけ、ウレタン製の研磨シートの上から100g/cm<sup>2</sup>の研磨荷重をかけて、研磨剤の供給量を一分当たり200mlとして、前記円\*

20※板を80rpmで10分間回転させて平面ラッピングを行い、その後レンズ一枚当たりの減量を各々重量で測定した。更に研磨面の表面観察を顕微鏡にて行った。

【0035】使用した電解水は陽極水であり、そのpHが3.8であった。上記電解水の代わりに純水を用いて作成した懸濁液と、純水に塩酸（HCl）を添加してpHを3.8に調整した水にて作成した懸濁液を、比較用の研磨剤組成物（各々組成物G、組成物H）とし、本発明の研磨剤組成物との比較をした。試験数は各々n=5で行った。結果を下記表3に示す。

#### 【0036】

【表3】

減量値データ (mg)						平均
組成物F	12.9	12.8	13.1	12.7	12.9	12.9
組成物G	9.8	9.7	9.9	9.6	9.5	9.7
組成物H	9.6	9.7	9.6	9.6	9.4	9.6

各組成物の平均は、組成物F：12.9、組成物G：9.7、組成物H：9.6となり、本発明の研磨剤組成物（組成物F）の研磨効率が優れている。尚、顕微鏡観察による研磨面の差異は特に認められなかった。

#### 【0037】実施例4

平均粒径0.5 $\mu$ mの $\alpha$ -アルミナの研磨剤を電解水（陰極水：pH=9.1）に分散して（研磨剤濃度：5.5重量%）スラリーを調整し本発明の研磨剤組成物とした。被加工物には、アルミニウム基板にニッケルメッキを施した外形90mmの円板を使用した。この円板

40 の上下の定盤にポリウレタン製の研磨パッドを設置し、円板と研磨パッドをそれぞれ相対的にしゅう動させて研磨を行った。研磨時間を3分間とした。又、研磨剤組成物を円板と両研磨パッドの間に320cc/分の割合で供給して行った。荷重は100g/cm<sup>2</sup>とした。評価は研磨速度と研磨面の観察とした。研磨速度は、研磨後の円板の厚みの減少から求め、表面観察は目視とした。比較として、上記の本発明の研磨剤組成物の電解水の代わりに純水を用いた比較用の研磨剤組成物を作成し、同様な試験を行った。試料は各々5個とした。結果を下記

【0038】

\* \* 【表4】

平均研磨速度 ( $\mu\text{m}/\text{min}$ )						平均
本発明組成物	0.53	0.49	0.50	0.48	0.45	0.49
比較組成物	0.29	0.31	0.30	0.29	0.30	0.30

上表の結果から本発明研磨剤組成物を用いると、平均で約63%の研磨速度の向上が見られる。研磨面表面観察結果は大きな差が生じなかった。

【0039】実施例5

研磨剤としてアランダム#120を用い、1:1の割合(重量比)で電解水を加え、更に1.3%の防錆剤(流動パラフィン)と湿潤剤として「ベレックスQTP」(花王アトラス製)を2%添加して液体ホーニング用の本発明研磨剤組成物とし、又、上記電解水の代わりに純水を用いた比較用の研磨剤組成物を作成した。これらの※

※研磨剤組成物を金属(材質: B s P 1-1/2H)表面に液体ホーニング加工を2分間行い、梨地処理を施し

10 た。ホーニングのノズル口径は2mm、圧力は3kg/cm<sup>2</sup>とした。尚電解水は陰極水pH8.3を用いた。研磨量は単位研磨剤当たりの研摩量で示した。試験は比較を含めて各々n=5とした。結果を下記表5に示した。

【0040】

【表5】

本発明研磨剤組成物 (mg/g)					平均
0.51	0.56	0.50	0.57	0.53	0.53

比較研磨剤組成物 (mg/g)					平均
0.21	0.18	0.20	0.22	0.19	0.20

上記結果からして、本発明の研磨剤組成物の方が大幅に研摩量が増加した。

【0039】

【発明の効果】電解水を含む本発明の研磨剤組成物は、高い研摩速度を可能とし、研摩加工効率を高めることが出来る。従って本発明の研磨剤組成物を用いることで、研摩時間を短縮することが出来、又、研摩剤使用量の低減、高価な研摩パッドの摩耗・劣化の減少等をもたらす、非常に有用である。

【0040】

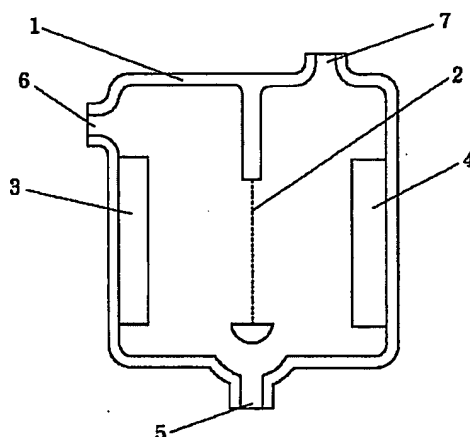
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明で使用する電解水製造装置を説明する模式図。

30 【符号の説明】

- 1: 電解槽
- 2: 隔膜
- 3: 陽極
- 4: 陰極
- 5: 給水口
- 6: 陽極水出口
- 7: 陰極水出口

【図1】



## 【手続補正書】

【提出日】平成5年8月20日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正内容】

【書類名】明細書

【発明の名称】 研磨剤組成物及びそれを用いる研磨方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも研磨剤とその分散媒体とからなり、該分散媒体が電解水を含有することを特徴とする研磨剤組成物。

【請求項2】 少なくとも研磨剤と分散媒体とからなり、該分散媒体が電解水を含有する研磨剤組成物を用いることを特徴とする研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、研磨剤組成物及びそれを用いる研磨方法に関し、更に詳しくは、研磨効率が高く、優れた研磨表面を形成することが出来る研磨剤組成物及び該研磨剤組成物を用いる研磨方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、研磨粒子（砥粒）を分散媒中に分散させた研磨剤組成物を用いて被加工物に対して加工を行う方法には、例えば、研磨乃至ラッピング仕上げ方法、ポリシング仕上げ方法、サンドブラスト、ショットピーニング、液体ホーニングを含めた噴射加工方法、バフ加工方法、バレル加工方法等、各種の砥粒加工方法が知られており、各々被加工物の材質、硬度、表面荒さ、或は他の加工条件に応じて選択使用されている。

度の高い表面状態の実現或は高硬度な材質の表面加工には量産的でない、或は単位仕事量当たりの仕事量が小さい等、砥粒加工率に関する経済性に極めて多くの問題を抱えているのが現状である。

【0004】 例えば、被研磨物とラップの間に砥粒を介して両者を擦り合わせ、ラップの表面形状を被加工物に転写させたり、被加工物若しくはラップの運動軌跡を制御することにより所望の形状を得るラッピング加工法は、従来、板ガラス、カメラレンズ、メガネレンズ等のガラス材質或は超硬合金工具、各種金型材、音響や映像装置のヘッド材等の金属材質を含めて、平滑性を実現する為の手段として用いられており、寸法精度、表面荒さ、形状精度が良好であり、比較的簡単な設備で加工可能であるが、その反面仕事量に比較して加工量が少なく、更に研磨粒子や異物の介入によって発生する砂目と呼ばれる傷は、非常に除去しにくい等の短所を有している。

【0005】 又、近年ガラス材質の研磨に関しては、前記の光学レンズ以外にも光ディスク、アクティブマトリックス型LCD、液晶TV用カラーフィルター等に用いるガラス基板、或は時計・電卓・カメラ用LCD或は太陽電池等のディスプレイ用ガラス基板、LSIフォトマスクに用いられるガラス基板の用途が増加している。これらのガラス材料は高精度に表面研磨することが要求される。

【0006】 その他、近年電気集積回路の支持結晶として広範囲に使用されているウエハー（例えば、シリコン、化合物半導体基板等）、各種の磁気メモリーハードディスク、レーザー部品等の精密研磨加工の分野では、特に加工面の平滑度、無欠陥性（スクラッチ、オレンジピール、ピット、ノジュール、クラック等の欠陥が無い

比して遥かに高度化すると共に、他方、生産、検査設備等に多額の投資を必要とする為、生産スピードの向上、不良欠陥ロスの低減によるコストダウン（コストカット）も重要な課題となっている。

【0007】従って、これらの分野で使用される研磨剤組成物についても、加工精度と共に研磨速度の向上に対する要望が極めて強くなっている。又、周知の如く研磨粒子を液体に混合して噴射する液体ホーニング加工の場合においても、良好な表面精度を有する加工面が得られる他、塵埃等が立たない為に極めて衛生的であって、更に加工量が少ない為母材を損傷することがない等多くの利点を有するが、工業的見地からは単位仕事量当たりの仕上げ量の一層の増大が望まれている。

【0008】この他、バフ加工、サンドブラスト、バレル加工等々固有の長所、短所を有し、砥粒加工効率に関する経済性を上昇させる為の要望は共通であるにも係らず、これらの各仕上げ方法は各々に定められた実用上の条件、例えば、ラッピング仕上げにおける研磨粒子の材質、研磨圧、研磨速度及び液体ホーニング加工における研磨粒子材質、精度、研磨粒子と水との混合比率、圧縮空気圧とその量、加工角度及びバフ加工におけるバフ圧、研磨粒子材質、押しつけ量、並びにバレル加工における回転数、装入量、被加工物とメディアの比率、研磨粒子材質等々実用上の適性値によって定められる値があり、これを越えて砥粒加工効率を無理に上昇させると、被加工物の加工面に傷が入ったり、著しい時は割れを生じる等経済上の損失も著しい為、ある一定値以上の砥粒加工効率を上げ得ないものである。

【0009】研磨条件のひとつの例として、ガラス材料の研磨においては、研磨材組成物は基本的にその組成は研磨粒子とそれを分散させる液媒体からなり、研磨粒子として酸化セリウム、酸化ジルコニウム、或は二酸化珪素系が通常用いられ、液媒体としては、通常水が用いられ、ガラス研磨用としては研磨粒子を液媒体に分散させてスラリーの状態で使用するのが一般的である。

【0010】ここで用いられている液媒体の水としては、地下水や、水道水をイオン交換処理、種々の濾過装置にて処理した水を使用して来た。研磨装置は、例えば、光学用レンズ研磨では、レンズ片面の加工面に研磨皿を押し当て研磨皿の回転により研磨する装置が知られている。レンズの両面にそれぞれ研磨皿を配し両面を同時に研磨加工する装置は、例えば、特開昭57-102747号公報に示されている。ガラス基板の場合は両面研磨機を用いるのが通常である。更にラップ加工の分野において両面研磨する技術としては、実開昭57-157452号公報に記載の技術があり、又、実開昭59-151649号公報には薄帯板の両面同時研磨技術が示されている。

【0011】

目的は、上記従来技術の課題を解決し、研磨効率が高く、優れた研磨表面を形成することが出来る研磨剤組成物及び該研磨剤組成物を用いる研磨方法を提供することである。

【0012】

【課題を解決する為の手段】上記目的は以下の本発明によって達成される。即ち、本発明は、少なくとも研磨剤とその分散媒体とからなり、該分散媒体が電解水を含有することを特徴とする研磨剤組成物、及び該研磨剤組成物を用いることを特徴とする研磨方法である。

【0013】

【作用】本発明者らは、従来技術の課題を解決し、より優れた研磨剤組成物を得るべく、鋭意研究を重ねた結果、研磨剤組成物中に電解水を含有させる時は、加工物加工面の平滑度、或は表面欠陥発生防止等の研磨仕上がり効果を低下させることなく、しかも研磨速度を大幅に向上させることを見出した。

【0014】

【好ましい実施態様】次に好ましい実施態様を挙げて本発明を更に詳細に説明する。本発明で使用する電解水は、例えば、以下の製法で製造される水に代表される。電解水製造装置として、従来、図1に示す構成のものが多用されている。即ち、図中1は電解槽、2は隔膜、3は陽極、4は陰極、5は給水口、6は陽極水出口、7は陰極水出口であって、給水口5から電解槽1に水を供給し、陰陽両極間に直流電圧を印加して電気分解を行うと、陰極側に陽イオンを含む水が集まり、陽極側に陰イオンを含む水が集まり、その陽極水及び陰極水が出口6、7から各別に取水される。

【0015】例えば、類似した装置の例が、特開昭64-11693号公報、特開平3-38293号公報、特開平3-238084号公報等に記載されている。尚、上記電解水の調製においては、給水口からの給水は地下水でもよいし、水道水でもよい。又、濾過処理を施した水を給水してもよい。或は出口6又は出口7からの取水された電解水を濾過処理、イオン交換処理等の清浄処理を施した後、本発明の研磨剤組成物の液媒体に供する事が出来る。

【0016】次に、本発明で使用する電解水の性状については、出口6から取水される陰イオンを含む水の集まりである陽極水は酸性を示し、出口7から取水される陽イオンを含む水の集まりである陰極水はアルカリ性を示す。市販されている「飲料用」電解水製造装置では、酸性濃度pH3～アルカリ濃度pH11の水を生成することが出来るが、電解水製造装置の陰陽両極間への印加電圧の調整、取水量の調整、取水場所（電極近接部からの取水等）の調整から、より広いpH域の電解水を得ることが出来る。

【0017】以上の事は、本発明に関する電解水は何ら



物を調整出来る特徴を有している事になり、このことは添加剤を加えることによって生じるであろう副作用的弊害（例えば、研磨装置の腐食や、摩耗、被加工材への弊害、作業者の皮膚・衣類に付着した場合の被害、更には、排水時の処理問題）を心配せずに、被加工物の材質に適合するpHを選ぶ事が出来るし、又、使用する研磨剤の凝集等を防止することが出来るpH域に研磨剤組成物を調整することが出来ることになる。

【0018】更には、光学ガラス等が被加工物の場合、ガラス材自身がpHの影響で腐食し易いものが多く存在するが、その様な時にも研磨剤組成物のpHを任意に調整することが出来る。又、本発明に関する電解水は、陰極水のクラスターが陽イオンに富み、一方、陽極水のクラスターは陰イオンに富むことで、例えば、研磨粒子に $\alpha$ -アルミナを用いて水中に分散させて研磨剤組成物を調整すると、分散状態が不良となり凝集を生じやすくなるが、この時に分散媒に陽イオンに富む陰極水を用いることで $\alpha$ -アルミナ粒子の持つ陽性の電荷との相互作用で、全体の分散系としては電氣的斥力に依る粒子相互間の分散効果が強まることになり、研磨粒子の凝集を困難にさせる効果を持つ。

【0019】即ち、研磨粒子の分散安定性においても、従来使用されてきた分散安定剤の添加に代えて、陽極水若しくは陰極水等の電解水を用いることで、これらの安定剤の添加が不要になる（ここでいうクラスターとは、水分子の塊を意味する）。本発明に使用する電解水は、更に、前記した陰極水、陽極水の様に表面活性を有する形をとることで、研磨時に被加工物の研磨面の微細構造部に侵入し易くなり、その結果、研磨効率が上り且つ研磨仕上がりが良好になると推測することが出来る。

【0020】更には、本発明で使用する電解水は、通常、自然に存在する水と比較して、クラスターが小さいことに特徴を有している。即ち、水は基本的には一個の酸素原子と二個の水素原子からなる分子量が僅か18の単純な化合物であるが、水の分子間に働く水素結合が非常に強い為、液体の水はばらばらに単一分子で存在しているのではなく、水分子が塊或は集団になった構造（クラスターと呼ばれる）をとっている。

【0021】核磁気共鳴装置（NMR）による水のクラスターの大きさの測定から、本発明に使用する電解水は、自然に存在する水（地下水、水道水等）に比較してその大きさが1/2以下になっているとされている。クラスターが小さいことで、研磨粒子の分散性も改良され、又、被加工物の研磨表面の微細構造に水が侵入し易くなることから研磨効率の向上が期待される。

【0022】更には、電解水は陽極水、陰極水のどちらを使うにしろ、分けられた電解水は、同種のイオンの集合である為に電氣的斥力で反発し易く、且つクラスターが小さいことで蒸発し易く、研磨時に発生する熱の放出

予想される。尚、環境面から見た場合、本発明に使用する電解水は、従来の自然水を単に分けただけである故に、自然水と同様と考えてよいと言える。以上本発明に使用する電解水の製法・性状及び電解水を研磨剤組成物に適用する利点について述べた。

【0023】又、本発明に係る研磨材組成物に使用する研磨粒子には、例えば、天然ダイヤモンド、コランダム、スピネルエメリー、ガーネット、或はケイ石等の天然品、人造ダイヤモンド、アランダム、カーボンランダム、炭化硼素、炭化ランタン、炭化ジルコニウム、炭化タングステン、窒化硼素、窒化チタン、窒化ジルコニウム或は、硼化チタン等の合成品、更には、酸化セリウム、酸化クロム、酸化鉄（ベンガラ）、金鋼砂、ケイ砂、マンガン鋼球、ガラスビーズ、鉄粉、石英ケイソウ土、或はバレル研磨用専用メディア等の単独又はそれらの混合物をいうが、基本的には、被加工物表面に機械的作用をもたらす機能を有することが重要であり、材質は何ら限定するものではない。

【0024】本発明における研磨剤組成物の作成は、従来の研磨剤組成物の作成条件に準じて行うことが出来る。即ち、基本的には、従来の研磨剤組成物中の液媒体の水に代わって電解水を使用する事で本発明の研磨剤組成物が完成される。それゆえ、従来の研磨剤組成物の中でも液媒体が、種油、オリーブ油等の油脂系のもの、又は石油軽油、マシン油、鉱油等の石油類を使用し、全く水を受けつけない研磨剤組成物の類は除外される。又、本発明の研磨剤組成物において、基本的に、水媒体は100%電解水を用いるのが好ましいが、必要に応じて従来の自然水との混合体を用いてもよい。

【0025】更には電解水の機能を阻害しない範囲であれば、必要な添加剤の添加は問題ない。尚、本発明の研磨剤組成物の使用目的は、特に限定されるものでなく、従来の水性研磨剤組成物の利用用途には、いずれも好ましく利用することが出来る。更には、本発明では、電解水の名称を用いているが、物性的に同一であれば、他の名称、或は他の製法による水を用いた研磨剤組成物も本発明に含まれる。

【0026】

【実施例】以下、本発明を実施例並びに比較例に基づいて更に具体的に説明する。

実施例1

平均粒度1.15 $\mu$ mの酸化セリウムを970gと、コロイダルシリカ（ロテール・ニッタ製「NALCO-2350」）3.5リットルを電解水製造装置（赤井電気製、「MINESOF TMS-800」）で製造した電解水（陰極水、pH8.8）35リットルに混合・分散させて本発明の研磨剤組成物（組成物Aと略す）とした。又、前記組成物Aの組成中、電解水の代わりに純水を使用した組成の研磨剤組成物を比較の為の研磨剤組成

【0027】被加工物は、厚さ3mmのガラス板（コーニング製、「バイレックス・ガラス」）と厚さ1.1mmのシリコンウエハーの合わせ板（エポキシ接着剤で接合、硬化後の接着層厚は100 $\mu$ m）とし、サイズは140mm（長さ） $\times$ 4.2mm（幅）の長方形とした。研磨面は長手方向の接合面とした。研磨条件は、研磨機として（市村製作所製、TLP1200）を用い、研磨布は発泡ポリウレタン製布（九重電気製、セリウムパットKSP66A-1.25）を使用し、荷重1.1kg、回転数20rpmの条件で1時間研磨を行った。 \*

\*【0028】評価は研磨効率及び研磨面の観察とした。研磨効率は研磨量の評価であり、研磨されて除去された除去層の厚さを測定して求めた（測定器：顕微鏡）。研磨面の観察は顕微鏡観察（ $\times 200$ ）にて行った。尚、研磨個数は組成物A及び組成物Bとも各々10個とした。組成物のpHは組成物Aが10.1、組成物Bが10.3である。研磨結果を下表1に示す。

【0029】

【表1】

研磨組成物Aによる研磨量（単位：m $\mu$ ）					平均値
15.7	14.3	14.0	17.3	15.7	15.6
15.7	14.3	15.3	16.3	16.0	

研磨組成物Bによる研磨量（単位：m $\mu$ ）					平均値
13.4	10.8	12.4	11.5	9.0	11.7
12.2	14.2	12.0	11.4	12.0	

上表の結果から、単位時間当たり研磨量は、研磨組成物Aが研磨組成物Bに比較しておよそ33%多いことが分かる。尚、研磨後の研磨面の観察からは、研磨組成物Aと研磨組成物Bとの間に大きな差は見られなかった。

【0030】実施例2

平均粒度0.3 $\mu$ mの酸化セリウム5gを電解水100ccに混合し懸濁液とし、それを本発明研磨剤組成物（組成物C）とした。光学用レンズ（硝材は、LaSF）で寸法が33mm径 $\times$ 10mm厚の被加工物を円板上に5枚貼りつけ、ウレタン製研磨シートを上から100g/cm<sup>2</sup>の研磨荷重をかけ、研磨剤の供給量を200ml/minとして、前記円板を80rpmで10分間回転させて平面ラッピングを行い、その後レンズ一枚※

※当たりの減量を重量で測定した。更に研磨面の表面観察を顕微鏡にて行った。

【0031】尚、使用した電解水は陰極水であり、そのpHが9.7である。上記電解水の代わりに純水を用いて作成した懸濁液と、純水に苛性ソーダ（NaOH）を添加してpHを9.7に調整した水にて作成した懸濁液を、各々比較用研磨剤組成物（組成物D、組成物E）と、本発明の研磨剤組成物との比較をした。試験数は各々n=5で行った。結果を表2に示す。

【0032】

【表2】

減量値データ（mg）						平均
組成物C	13.9	13.5	14.0	13.6	13.7	13.7
組成物D	9.9	10.2	9.8	10.0	9.8	9.9
組成物E	10.9	10.8	11.2	10.6	11.0	10.9

上表より本発明の研磨剤組成物は、組成物Dより約41%、組成物Eより28%研磨効率が向上した。又、研磨面は欠陥のない平滑な仕上げ面が得られた。

【0033】実施例3

実施例2に関連して電解水に陽極水を用いた例である。

gを電解水100cc混合し懸濁液とし、それを本発明研磨剤組成物（組成物F）とした。光学用レンズ（硝材は、LaSF）からなる寸法が33mm径 $\times$ 10mm厚の被加工物を円板上に5枚貼りつけ、ウレタン製の研磨シートの上から100g/cm<sup>2</sup>の研磨荷重をかけて、

板を80rpmで10分間回転させて平面ラッピングを行い、その後レンズ一枚当たりの減量を各々重量で測定した。更に研磨面の表面観察を顕微鏡にて行った。

【0034】使用した電解水は陽極水であり、そのpHが3.8であった。上記電解水の代わりに純水を用いて作成した懸濁液と、純水に塩酸(HCl)を添加してpHを3.8に調整した水にて作成した懸濁液を、比較用\*

\*の研磨剤組成物(各々組成物G、組成物H)とし、本発明の研磨剤組成物との比較をした。試験数は各々n=5で行った。結果を下記表3に示す。

【0035】

【表3】

減量値データ (mg)						平均
組成物F	12.9	12.8	13.1	12.7	12.9	12.9
組成物G	9.8	9.7	9.9	9.6	9.5	9.7
組成物H	9.6	9.7	9.6	9.6	9.4	9.6

各組成物の平均は、組成物F：12.9、組成物G：9.7、組成物H：9.6となり、本発明の研磨剤組成物(組成物F)の研磨効率が優れている。尚、顕微鏡観察による研磨面の差異は特に認められなかった。

【0036】実施例4

平均粒径0.5 $\mu$ mの $\alpha$ -アルミナの研磨剤を電解水(陰極水：pH=9.1)に分散して(研磨剤濃度：5.5重量%)スラリーを調整し本発明の研磨剤組成物とした。被加工物には、アルミニウム基板にニッケルメッキを施した外形90mmの円板を使用した。この円板を両面研磨機を用いて研磨した。研磨の条件は、研磨機の上下の定盤にポリウレタン製の研磨パッドを設置し、円板と研磨パッドをそれぞれ相対的にしゅう動させて研※

※磨を行った。研磨時間を3分間とした。又、研磨剤組成物を円板と両研磨パッドの間に320cc/分の割合で供給して行った。荷重は100g/cm<sup>2</sup>とした。評価は研磨速度と研磨面の観察とした。研磨速度は、研磨後の円板の厚みの減少から求め、表面観察は目視とした。比較として、上記の本発明の研磨剤組成物の電解水の代わりに純水を用いた比較用の研磨剤組成物を作成し、同様な試験を行った。試料は各々5個とした。結果を下記表4に示す。

【0037】

【表4】

平均研磨速度 ( $\mu$ m/min)						平均
本発明組成物	0.53	0.49	0.50	0.48	0.45	0.49
比較組成物	0.29	0.31	0.30	0.29	0.30	0.30

上表の結果から本発明研磨剤組成物を用いると、平均で約63%の研磨速度の向上が見られる。研磨面表面観察結果は大きな差が生じなかった。

【0038】実施例5

研磨剤としてアランダム#120を用い、1:1の割合(重量比)で電解水を加え、更に1.3%の防錆剤(流動パラフィン)と湿潤剤として「ベレックスOTP」(花王アトラス製)を2%添加して液体ホーニング用の本発明研磨剤組成物とし、又、上記電解水の代わりに純水を用いた比較用の研磨剤組成物を作成した。これらの★

★研磨剤組成物を金属(材質：BSP1-1/2H)表面に液体ホーニング加工を2分間行い、梨地処理を施した。ホーニングのノズル口径は2mm、圧力は3kg/cm<sup>2</sup>とした。尚電解水は陰極水pH8.3を用いた。研磨量は単位研磨剤当たりの研磨量で示した。試験は比較を含めて各々n=5とした。結果を下記表5に示した。

【0039】

【表5】

本発明研磨剤組成物 (mg/g)						平均
0.51	0.56	0.50	0.57	0.53		0.53

比較研磨剤組成物 (mg/g)					平均
0.21	0.18	0.20	0.22	0.19	0.20

上記結果からして、本発明の研磨剤組成物の方が大幅に研磨量が増加した。

【0040】

【発明の効果】電解水を含む本発明の研磨剤組成物は、高い研磨速度を可能とし、研磨加工効率を高めることが出来る。従って本発明の研磨剤組成物を用いることで、研磨時間を短縮することが出来、又、研磨剤使用量の低減、高価な研磨パッドの摩耗・劣化の減少等をもたらす、非常に有用である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明で使用する電解水製造装置を説明する模式図。

【符号の説明】

- 1：電解槽
- 2：隔膜
- 3：陽極
- 4：陰極
- 5：給水口
- 6：陽極水出口
- 7：陰極水出口